

DI

DIALOG(R)File 351:Derwent WPI  
(c) 2002 Thomson Derwent. All rts. reserv.

003213399

WPI Acc No: 1981-73955D/198141

**Hair and body cleaning compsn. - contg. equal amts. of 12 carbon and 14 carbon alkyl ether sulphate cpds., with reduced irritation towards skin and mucosa**

Patent Assignee: HENKEL KGAA (HENK )

Inventor: ANSMANN A; GUIRR O; WEICHBRODT M

Number of Countries: 011 Number of Patents: 005

Patent Family:

Patent No	Kind	Date	Applicat No	Kind	Date	Week
DE 3011549	A	19811001	DE 3011549	A	19800326	198141 B
EP 37009	A	19811007				198142
EP 37009	B	19831005				198341
DE 3161087	G	19831110				198346
DE 3011549	C	19881229				198901

Priority Applications (No Type Date): DE 3011549 A 19800326

Cited Patents: 1.Jnl.Ref; DE 2017370; DE 2406520; DE 2456638; FR 2087001;  
FR 2252840; US 3819828; US 4137191

Patent Details:

Patent No	Kind	Lan	Pg	Main IPC	Filing Notes
-----------	------	-----	----	----------	--------------

DE 3011549	A		11		
------------	---	--	----	--	--

EP 37009	A	G			
----------	---	---	--	--	--

Designated States (Regional): AT BE CH DE FR GB IT LI LU NL SE

EP 37009	B	G			
----------	---	---	--	--	--

Designated States (Regional): AT BE CH DE FR GB IT LI LU NL SE

Abstract (Basic): DE 3011549 A

Compsn. for washing the hair or body contains a mixt. of 50 wt.% 12C alkyl ether sulphate (I) and 50 wt.% 14C alkyl ether sulphate (II) with 1-5(2-4) ethylene oxide gps. as the ester component. Pref. the mixt. of (I) and (II) represents 1-40 (5-25) wt.% of the compsn. Opt. the compsn. also contains 0.1-20 (0.5-5) wt.% of a betaine, esp. an 8-18C alkyldimethylcarboxymethylbetaine and/or a 12-18C alkylamidopropyldimethylcarboxymethylbetain, as amphoteric surfactant.

These compsns. have better compatibility towards the skin and mucosa compared with the standard 70% (I)-30% (II) formulations, without redn. in cleaning effect.

Title Terms: HAIR; BODY; CLEAN; COMPOSITION; CONTAIN; EQUAL; AMOUNT; CARBON ; CARBON; ALKYL; ETHER; SULPHATE; COMPOUND; REDUCE; IRRITATE; SKIN; MUCOUS

Derwent Class: D21; E17

International Patent Class (Additional): A61K-007/08; C11D-001/14

File Segment: CPI

①⑫

**EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG**

②① Anmeldenummer: 81102001.5

⑤① Int. Cl.<sup>3</sup>: **A 61 K 7/08**  
**A 61 K 7/50**

②② Anmeldetag: 18.03.81

③⑩ Priorität: 26.03.80 DE 3011549

④③ Veröffentlichungstag der Anmeldung:  
07.10.81 Patentblatt 81/40

⑧④ Benannte Vertragsstaaten:  
AT BE CH DE FR GB IT LI LU NL SE

⑦① Anmelder: Henkel Kommanditgesellschaft auf Aktien  
-Patentabteilung- Postfach 1100 Henkelstrasse 67  
D-4000 Düsseldorf 1(DE)

⑦② Erfinder: Ansmann, Achim, Dr.  
Fichtestrasse 19  
D-4010 Hilden(DE)

⑦② Erfinder: Guirr, Ortburg geb. Düsterloh  
Eichhornstrasse 68  
D-4150 Krefeld 1(DE)

⑦② Erfinder: Weichbrodt, Maria, Dr. geb. Nolte  
Karl-Leverkus-Strasse 1  
D-5074 Odenthal(DE)

⑤④ Haarwasch- und Körperreinigungsmittel.

⑤⑦ Haarwasch- und Körperreinigungsmittel mit einem Gehalt an einem Alkylethersulfatgemisch aus 50 Gewichtsprozent eines C<sub>12</sub>-Alkylethersulfats und 50 Gewichtsprozent eines C<sub>14</sub>-Alkylethersulfats mit 1 - 5, vorzugsweise 2-4 Ethylenoxidgruppen als Etherkomponente.

Haarwasch- und Körperreinigungsmittel mit verbesserter Schleimhautverträglichkeit enthalten als Tensidkomponente ein Gemisch von Alkylethersulfaten, bestehend aus 50% eines C<sub>12</sub>-Alkylethersulfats und 50% eines C<sub>14</sub>-Alkylethersulfats mit je 1 - 5, vorzugsweise 2 - 4 Ethylenoxidgruppen als Etherkomponente. Die Einsatzmenge des Alkylethersulfatgemisches liegt zwischen 1% und 40 Gewichtsprozent bezogen auf das gesamte Mittel. Eine weite Steigerung der Hautverträglichkeit wird durch den Zusatz von 0,1 - 20 Gewichtsprozent amphoterer oberflächenaktiver Betaine erreicht.

24. März 1980

HENKEL KGaA  
ZR-FE/Patente

## P a t e n t a n m e l d u n g

D 6153 EP

"Haarwasch- und Körperreinigungsmittel"

Die Erfindung betrifft Haarwasch- und Körperreinigungsmittel auf Basis von Alkylethersulfaten mit verbesserter Haut- und Schleimhautverträglichkeit.

- 5 Für die Herstellung von Haarwasch-, Körperreinigungs- und Handwaschmitteln, die nicht auf Seifenbasis aufgebaut waren, hat man seit langem oberflächenaktive Alkylsulfatsalze als hauptsächliches Tensid eingesetzt. Derartige Alkylsulfatsalze konnten aber im Hinblick auf  
10 Hautfreundlichkeit und Schleimhautverträglichkeit nicht befriedigen. Eine gewisse Verbesserung konnte durch den Einsatz von speziellen Alkylethersulfaten, insbesondere in Kombination mit oberflächenaktiven Betainen erzielt werden. Dabei handelt es sich bei den Alkyl-  
15 ethersulfaten um Produkte auf Basis von Fettalkoholen, die etwa 70 % Dodecylalkohol neben 30 % überwiegend C<sub>14</sub>-Fettalkohol enthalten. Aber auch diese Kombinationen ließen hinsichtlich ihrer Schleimhautreizung noch Wünsche offen, so daß das Bedürfnis nach verbesserten Haarwasch-  
20 und Körperreinigungsmitteln, die bei hoher Reinigungswirkung keine Schleimhautreizung bewirken, weiterhin bestand.

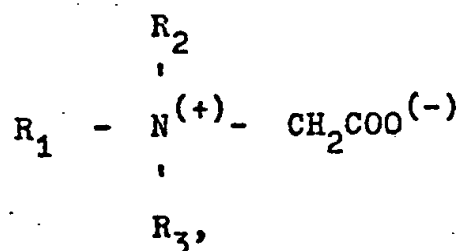
Es wurde nun gefunden, daß Haarwasch- und Körperreinigungsmittel auf Basis von Alkylethersulfaten mit  
25 einem Gehalt an inem Alkylethersulfatgemisch, bestehend aus 50 Gewichtsprozent eines C<sub>12</sub>-Alkylethersulfats und

50 Gewichtsprozent eines  $C_{14}$ -Alkylethersulfats mit 1 bis 5, vorzugsweise 2 bis 4 Ethylenoxidgruppen als Etherkomponente, die gestellten Forderungen weitgehend erfüllen.

5 Die erfindungsgemäß einzusetzenden Alkylethersulfatgemische mit je 50 Gewichtsprozent  $C_{12}$ - und  $C_{14}$ -Alkylethersulfat sind in ihrer Haut- und Schleimhautverträglichkeit nicht nur wesentlich besser als die bisher eingesetzten Alkylethersulfate mit 70 %  $C_{12}$ - neben 30 %  $C_{14}$ -Anteil,  
10 sondern sie sind überraschenderweise auch wesentlich besser als die Gemische der bisher eingesetzten Alkylethersulfate mit oberflächenaktiven Betainen, ohne die gute Waschkraft der Haarwasch- und Körperreinigungsmittel zu mindern.

15 Durch geringfügige Anteile anderer C-Kettenlänge wird die überraschend gute Schleimhaut- und Hautverträglichkeit der erfindungsgemäß zu verwendenden Produkte nur unwesentlich verändert.

20 Durch den Zusatz von Betainen läßt sich die ausgezeichnete Haut- und Schleimhautverträglichkeit der erfindungsgemäß einzusetzenden Alkylethersulfatgemische nur noch unwesentlich steigern. Als amphotere oberflächenaktive Betaine können dabei Verbindungen der Formel



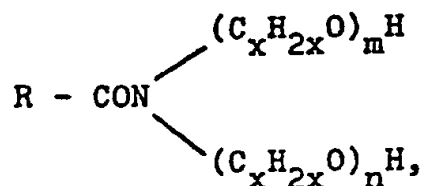
in der  $R_1$  einen gegebenenfalls durch Heteroatome  
der Heteroatomgruppen unterbrochenen Alkylrest mit  
8 - 20 und  $R_2$  und  $R_3$  gleichartige oder verschiedene  
Alkylreste mit 1 - 3 Kohlenstoffatomen bedeuten,  
5 Verwendung finden. Als besonders geeignete Betaine  
haben sich hierbei das  $C_8 - C_{18}$ -Alkyl-dimethylcarboxy-  
methylbetain und das  $C_{12} - C_{18}$ -Alkyl-amidopropyldimethyl-  
carboxymethylbetain erwiesen.

Die erfindungsgemäßen Haarwasch- und Körperreinigungs-  
10 mittel enthalten das Alkylethersulfatgemisch, bestehend  
aus 50 Gewichtsprozent eines  $C_{12}$ -Alkylethersulfats und  
50 Gewichtsprozent eines  $C_{14}$ -Alkylethersulfats mit  
1 bis 5, vorzugsweise 2 bis 4 Ethylenoxidgruppen als  
Etherkomponente, in einer Menge von 1 - 40 Gewichts-  
15 prozent, vorzugsweise 5 - 25 Gewichtsprozent, bezogen auf  
das gesamte Mittel. Die zur weiteren Verbesserung von  
Haut-, Schleimhautverträglichkeit und Waschwirksamkeit  
zweckmäßigerweise zusätzlich zu verwendenden Betaine,  
insbesondere  $C_8 - C_{18}$ -Alkyl-dimethylcarboxymethylbetain  
20 und  $C_{12} - C_{18}$ -Alkyl-amidopropyldimethylcarboxymethylbetain,  
sind in einer Menge von 0,1 - 20 Gewichtsprozent, vorzugs-  
weise 0,5 - 5 Gewichtsprozent, bezogen auf das gesamte  
Mittel, enthalten.

Das erfindungsgemäß einzusetzende Alkylethersulfat-  
25 gemisch, gegebenenfalls in Kombination mit den Betainen,  
kann selbstverständlich auch in höherer Konzentration,  
ja sogar als wasserfreies Gemisch auf den Markt gebracht  
werden, wobei es dann von dem Weiterverarbeiter mit  
einem entsprechenden wäßrigen oder wäßrig-alkoholischen  
30 Medium auf eine Gebrauchskonzentration verdünnt werden  
muß.

Da von einem Körperreinigungsmittel, insbesondere einem Haarwaschmittel die Bildung einer reichlichen Schaummenge erwartet wird, ist es empfehlenswert, den Kompositionen einen Schaumstabilisator hinzuzufügen.

- 5 Als Schaumstabilisatoren können Alkylolamide der allgemeinen Formel



- in der R einen Alkylrest mit 8 bis 18 Kohlenstoffatomen, x die Zahlen 2 oder 3, m eine Zahl von 1 bis 5 und n eine Zahl von 0 bis 5 bedeuten, eingesetzt werden.

Bevorzugte Schaumstabilisatoren stellen dabei das Monoethanolamid, Monoisopropanolamid, Diethanolamid und Diisopropanolamid der entsprechenden Fettsäuren, insbesondere der Kokosnußfettsäuren dar.

- 15 Als Schaumstabilisatoren können ferner tertiäre Aminoxide, die eine hydrophobe Gruppe aufweisen, dienen wie zum Beispiel Lauryldimethylaminoxid, Lauryl-bis-(2-hydroxyethyl)-aminoxid, Lauryl-trioxyethylen-dimethylaminoxid und andere mehr.

- 20 Der Gehalt der erfindungsgemäßen Haarwasch- und Körperreinigungsmittel an Schaumstabilisatoren beträgt 0 bis 20 Gewichtsprozent, vorzugsweise 1 bis 5 Gewichtsprozent, bezogen auf das gesamte Mittel.

- 25 Darüber hinaus können die erfindungsgemäßen Haarwasch- und Körperreinigungsmittel weitere Hilfsmittel wie Antischuppenwirkstoffe, Haarpflegemittel, Trübungsmittel, Rückfettungsmittel, Lösungsvermittler, Parfüm, Farbstoffe, germicide Mitt l und Konservierungsmittel in den für derartige Produkte üblichen Mengen enthalten.

Die nachfolgenden Beispiele sollen den Gegenstand der Erfindung näher erläutern, ohne ihn darauf zu beschränken.

B e i s p i e l e

Zum Nachweis der außergewöhnlich guten Schleimhaut-  
verträglichkeit der erfindungsgemäß einzusetzenden  
Substanzen wurde der von J. H. Draize in "Appraisal  
5 of the Safety of Chemicals in Foods, Drugs and  
Cosmetics, Ass. of Food and Drug officials of the US"  
(1959), Seite 49-52 beschriebene Test am Kaninchenauge  
durchgeführt. Dabei wurden 2 Rezepturen nach dem Stand  
der Technik und 2 Rezepturen mit den erfindungsgemäß  
10 zu verwendenden Produkten in unverdünnter Form einge-  
setzt. Die Kontaktzeit betrug 10 Sekunden.

Rezeptur 1 gemäß Stand der Technik

$C_{12/14}$ -Alkyl-2EO-sulfat (70 $C_{12}/30 C_{14}$ )	20 Gewichtsteile
Wasser	<u>80 Gewichtsteile</u>

15 Rezeptur 2 erfindungsgemäß

$C_{12/14}$ -Alkyl-3-EO-sulfat (50 $C_{12}/50 C_{14}$ )	20 Gewichtsteile
Wasser	<u>80 Gewichtsteile</u>

Rezeptur 3 gemäß Stand der Technik

$C_{12/14}$ -Alkyl-2EO-sulfat (70 $C_{12}/30 C_{14}$ )	18 Gewichtsteile
20 $C_8-C_{18}$ -Alkyl-dimethylcarboxymethylbetain	2 Gewichtsteile
Wasser	<u>80 Gewichtsteile</u>

Rezeptur 4 erfindungsgemäß

$C_{12/14}$ -Alkyl-3-EO-sulfat (50 $C_{12}/50 C_{14}$ )	18 Gewichtsteile
$C_8-C_{18}$ -Alkyl-dimethylcarboxymethylbetain	2 Gewichtsteile
25 Wasser	<u>80 Gewichtsteile</u>



Die nachstehend aufgeführte Tabelle 1 mit den Ergebnissen des Tests über die Schleimhautverträglichkeit am Kaninchenauge zeigt deutlich die überraschend hohe Verbesserung der Schleimhautverträglichkeit durch die erfindungsgemäß zu verwendenden Produkte gegenüber den Verbindungen des Standes der Technik. Bereits der alleinige Einsatz der erfindungsgemäß einzusetzenden Produkte führt zu wesentlich besseren Werten als die aus dem Stand der Technik bekannte Kombination mit Betainen.

Tabelle 1

	Durchschnittliche conjunctivale Reaktion in % der maximal möglichen Reaktion nach					
	2 h	6 h	24 h	48 h	72 h	96 h
Rezeptur 1	55	60	35	15	2,5	0
Rezeptur 2	30	25	2,5	0	0	0
Rezeptur 3	45	45	17,5	17,5	5	0
Rezeptur 4	25	20	2,5	0	0	0

Ferner wurde die Hautverträglichkeit der vorgenannten 4 Rezepturen nach dem Hautirritationstest bestimmt, wie

er von Peter J. Frosch und Albert M. Kligman als

"The soap chamber test" im Journal of the American Academy of Dermatology, Volume I, Number I, July 1979, Seite 35-41 beschrieben ist. Die einzelnen Rezepturen wurden dabei in einer Konzentration mit 0,5 % Aktivsubstanz eingesetzt.

Die bei diesem Test erhaltenen Werte sind der nachfolgenden Tabelle 2 zu entnehmen.

Tabelle 2

	Hautirritationsindex		
	Erythem	Schuppung	gesamt
Rezeptur 1	0,4	0,7	1,1
Rezeptur 2	0	0,1	0,1
Rezeptur 3	0,4	0,6	1,0
Rezeptur 4	0	0	0

Wie der Tabelle 2 zu entnehmen ist, zeigen sich die erfindungsgemäß einzusetzenden Produkte, denen des Standes der Technik weit überlegen, selbst dann, wenn die des Standes der Technik in Kombination mit Betainen zur Verbesserung der Hautverträglichkeit eingesetzt werden.

Nachfolgend werden noch einige Rezepturen für erfindungsgemäße Haarwasch- und Körperreinigungsmittel aufgeführt.

10	<u>Haarwaschmittel</u>	/9
	C <sub>12</sub> /C <sub>14</sub> -Alkyl-3 EO-sulfat (50 C <sub>12</sub> /50 C <sub>14</sub> )	12,0 Gewichtsteile
	C <sub>12</sub> -C <sub>18</sub> -Alkyl-amidopropyl- dimethylcarboxymethylbetain	5,0 Gewichtsteile
15	Kokosfettsäurediethanolamid	1,5 Gewichtsteile
	Wasser, Natriumchlorid, Parfüm	<u>ad 100,0 Gewichtsteile</u>

	<u>Haarwaschmittel</u>	
	C <sub>12</sub> /C <sub>14</sub> -Alkyl-3-EO-sulfat (50 C <sub>12</sub> / 50 C <sub>14</sub> )	20,0 Gewichtsteile
20	C <sub>8</sub> -C <sub>18</sub> -Alkyl-dimethylcarboxy- methylbetain	2,0 Gewichtsteile
	Kokosfettsäurediisopropanolamid	2,0 Gewichtsteile
	Wasser, Natriumchlorid, Parfüm	<u>ad 100,0 Gewichtsteile</u>

	<u>Schaumbad</u>	
25	C <sub>12</sub> /C <sub>14</sub> -Alkyl-2EO-sulfat (50 C <sub>12</sub> /50 C <sub>14</sub> )	30,0 Gewichtsteile
	C <sub>8</sub> -C <sub>18</sub> -Alkyl-dimethylcarboxy- methylbetain	5,0 G wichtsteile
	Fichtennadelöl	5,0 Gewichtsteile
30	Ester von Glycerin-Ethylenoxidadduk- ten mit langkettigen Fettsäuren als Rückfettungsmittel	10,0 Gewichtsteile
	Wasser, Parfüm, Farbstoff	<u>ad 100,0 Gewichtsteile</u> /9

Duschbad

	$C_{12}/C_{14}$ -Alkyl-2EO-sulfat (50 $C_{12}$ /50 $C_{14}$ )	15,0 Gewichtsteile
5	$C_8$ - $C_{18}$ -Alkyl-dimethylcarboxymethyl- betain	2,0 Gewichtsteile
	Kokosfettsäuremonoethanolamid	3,0 Gewichtsteile
	Ester von Glycerin-Ethylenoxid- addukten mit langkettigen Fett- säuren als Rückfettungsmittel	5,0 Gewichtsteile
10	Wasser, Natriumchlorid, Parfüm, Farbstoff	<u>ad 100,0 Gewichtsteile</u>

Handwaschpaste

	$C_{12}/C_{14}$ -Alkyl-3EO-sulfat (50 $C_{12}$ /50 $C_{14}$ )	12,0 Gewichtsteile
15	Glycerin	2,0 Gewichtsteile
	Natriumchlorid	5,0 Gewichtsteile
	Sägemehl	19,0 Gewichtsteile
	Bentonit	5,0 Gewichtsteile
	Wasser, Parfümöl	<u>ad 100,0 Gewichtsteile</u>

20 Flüssiges Handwaschmittel

	$C_{12}/C_{14}$ -Alkyl-3EO-sulfat (50 $C_{12}$ /50 $C_{14}$ )	15,0 Gewichtsteile
	Kokosfettsäuremonoethanolamid	2,0 Gewichtsteile
	Natriumchlorid	4,0 Gewichtsteile
25	Parfüm	2,0 Gewichtsteile
	Wasser, Farbstoff	<u>ad 100,0 Gewichtsteile</u>

Patentansprüche:

1. Haarwasch- und Körperreinigungsmittel auf Basis von Alkylethersulfaten, gekennzeichnet durch einen Gehalt an einem Alkylethersulfatgemisch, bestehend aus 50 Gewichtsprozent eines  $C_{12}$ -Alkylethersulfats und 50 Gewichtsprozent eines  $C_{14}$ -Alkylethersulfats mit 1 bis 5, vorzugsweise 2 bis 4 Ethylenoxidgruppen als Etherkomponente.
2. Haarwasch- und Körperreinigungsmittel nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß sie das Alkylethersulfatgemisch in einer Menge von 1 - 40 Gewichtsprozent, vorzugsweise 5 - 25 Gewichtsprozent, bezogen auf das gesamte Mittel, enthalten.
3. Haarwasch- und Körperreinigungsmittel nach Anspruch 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß sie neben dem Alkylethersulfatgemisch amphotere oberflächenaktive Betaine in einer Menge von 0,1 - 20 Gewichtsprozent, vorzugsweise 0,5 - 5 Gewichtsprozent, bezogen auf das gesamte Mittel, enthalten.
4. Haarwasch- und Haarreinigungsmittel nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, daß sie als Betaine  $C_8$ - $C_{18}$ -Alkyldimethylcarboxymethylbetain und/oder  $C_{12}$ - $C_{18}$ -Alkyamidopropyldimethylcarboxymethylbetain enthalten.



Europäisches  
Patentamt

# EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

0037009

Nummer der Anmeldung

EP 81 10 2001

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE			KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int. Cl. 3)
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	betrifft Anspruch	
	<u>FR - A - 2 252 840 (L'OREAL)</u> * Seite 25, Beispiel A31 * & DE - A - 2 456 638 --	1,2	A 61 K 7/08 7/50
	<u>US - A - 3 819 828 (McCOY)</u> * Spalte 1, Zeilen 27-37; Spalte 6, Beispiel I,C * & DE - A - 2 406 520 --	1,2	
	H. JANISTYN: "Handbuch der Kosmetika und Riechstoffe", 2. Auflage, Band 3, 1973, Dr. Alfred Hüthig Verlag, Seiten 254-255 Heidelberg, DE. "Die Körperpflegemittel" * Seiten 254-255, "Klar-Shampoo für trockenes Haar" * --	1,2	RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (Int. Cl. 3)  A 61 K 7/08 7/50
	<u>FR - A - 2 087 001 (KAO SOAP)</u> * Seite 1, Zeile 28 - Seite 2, Zeile 29; Seiten 7,8; Beispiele 1,2; Ansprüche 1-3 * & DE - A - 2 017 370 --	1-4	
	<u>US - A - 4 137 191 (LOHR)</u> * Spalte 1, Zeile 52 - Spalte 2, Zeile 19; Spalte 3, Beispiel 3; Spalte 4, Zeile 56 - Spalte 5, Zeile 15; Ansprüche 1-4 * ----	1-4	KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTE X: von besonderer Bedeutung A: technologischer Hintergrund O: nichtschriftliche Offenbarung P: Zwischenliteratur T: der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze E: kollidierende Anmeldung D: in der Anmeldung angeführtes Dokument L: aus andern Gründen angeführtes Dokument & Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes Dokument
1	Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt.		
Recherchenort	Abschlußdatum der Recherche	Prüfer	
Den Haag	17-06-1981	BENZ	